

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-342742

(43)Date of publication of application : 30.11.1992

(51)Int.Cl.

C08J 9/04  
// C08L 23:10

(21)Application number : 03-144147

(71)Applicant : NIPPON UNICAR CO LTD

(22)Date of filing : 21.05.1991

(72)Inventor : SENUMA AKITAKA  
KOTANI KUNIO  
YASUDA NOBUO

## (54) COMPOSITION FOR OPEN-CELL TYPE PROPYLENE-BASED RESIN FOAM

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a composition for open-cell type propylene-based resin foam suitable for building material, agricultural maternal filter, etc., being excellent in heat resistance, mechanical characteristics, chemical resistance, etc., and uniform foam diameter.

CONSTITUTION: (A) 100 pts.wt. polypropylene-based resin is blended with (B) 0.01-10 pts.wt. polypropylene modified polysiloxane, (C) 130 pts.wt. blowing agent (e.g. azobisisobutyronitrile) having 150-200° C foaming temperature (Tf) and (D) 0.2-10 pts.wt. organic peroxide (e.g. succinic acid peroxide) having 110-220° C 10 minutes half-life period temperature (Tp) and satisfying  $-10^{\circ}\text{C} \leq T_p - T_f \leq 50^{\circ}\text{C}$ , molded into a given shape at  $\leq$  the decomposition temperature of the blowing agent and  $\leq$  the decomposition temperature of the organic peroxide and heated to 130-300° C.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-342742

(43) 公開日 平成4年(1992)11月30日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>

C 0 8 J 9/04

// C 0 8 L 23:10

識別記号

C E S

庁内整理番号

8927-4F

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数3(全5頁)

(21) 出願番号 特願平3-144147

(22) 出願日 平成3年(1991)5月21日

(71) 出願人 000230331

日本ユニカー株式会社

東京都千代田区大手町2丁目6番1号

(72) 発明者 瀬沼 昭高

神奈川県横浜市神奈川区斉藤分町21-3

(72) 発明者 小谷 邦雄

神奈川県横浜市神奈川区神大寺3丁目5番  
10-104

(72) 発明者 安田 伸男

神奈川県横浜市栄区東上郷町48-22

(74) 代理人 弁理士 倉内 基弘 (外1名)

(54) 【発明の名称】 連続気泡型プロピレン系樹脂発泡体用組成物

(57) 【要約】

【目的】 本発明の目的は、連続気泡型プロピレン系樹脂発泡体用組成物を提供することにある。

【構成】 本発明は、

a) プロピレン系樹脂 100重量部、

b) ポリプロピレン変性ポリシロキサン 0.01~10重量部、

c) 発泡温度 (T<sub>f</sub>) が100~200℃の範囲である発泡剤 1~30重量部、及び

d) 10分間半減温度 (T<sub>p</sub>) が110~220℃である有機過酸化化物 0.2~10重量部 (但し -10℃ ≤ T<sub>p</sub> - T<sub>f</sub> ≤ 50℃)

を含有してなる連続気泡型プロピレン系樹脂発泡体用組成物に関する。本発明の組成物は、所定の温度で成形加工し、加熱することによって連続気泡型プロピレン系樹脂発泡体を与える。

ン系樹脂発泡体の製造方法；

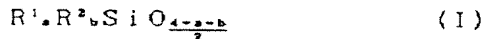
(3) 前記(2)の製造方法で作られた連続気泡型プロピレン系樹脂発泡体である。

【0008】本発明において、プロピレン系樹脂とはプロピレンを主成分とする重合体であり、プロピレン単重合体、プロピレンと他の $\alpha$ -オレフィン(エチレン、ブテン-1、4-メチルペンテン-1、ヘキセン-1、オクテン-1等)とのブロック又はランダム共重合体であり、MFR(メトルフローレート)は、0.1~20(g/min 230℃)で好適には0.2~10である。0.1未満であると発泡剤との混練が困難であり、また押出加工性も悪く、20よりも大であると熔融粘度が低下し発泡が困難となる。具体例としては、ポリプロピレン、プロピレン-エチレンブロック又はランダム共重合体、プロピレン-ブテン-1ブロック又はランダム共重合体、プロピレン-エチレン-ブテン-1、ランダム又はブロック共重合体等があげられる。

【0009】本発明においてポリプロピレン変性ポリシロキサンとは、(1)プロピレン系ポリマー100重量部に対し、

(A) 次式I：

【化1】



(式中、 $R^1$  は脂肪族不飽和基、 $R^2$  は脂肪族不飽和基を含まない非置換又は置換1価炭化水素基を表し、a及びbは次の条件：

$0 \leq a < 1$ 、 $0.5 < b < 3$ 、 $1 < a + b < 3$

を満たす数値を表す)で表されるオルガノポリシロキサン1~900重量部、

(B) ブタジエン系ゴム0.1~50重量部及び

(C) 有機過酸化物 0.01~10重量部、

を添加してなる組成物を加熱混練することによって得られるものであり、本発明者らが先に出願した特願平02-171142号に詳細に説明されている。本発明において、ポリプロピレン変性ポリシロキサンの使用量は、0.01~10重量部であり、0.01重量部以下であると、連続発泡体にならず、10重量部以上であっても連続発泡体にする効果が飽和点に達し、にじみ出し現象がおこり望ましくない。

【0010】本発明において使用される発泡剤は、発泡温度が100℃から220℃であり、望ましくは分解温度が使用するプロピレン系樹脂の結晶融点以上のものが望ましく、促進剤あるいは助剤を併用して、分解温度をこの範囲に調節したものもこれに含まれる。例として、次のものが挙げられる。アゾビスイソプロピロニトリル、ジアゾカーボンアミド、p-トルエンスルホニルヒドラジド、4,4'-オキシビス(ベンゼンスルホニルヒドラジド)、n-ヘプタン、n-オクタン、n-ノナン、n-デカン。発泡剤の量は1~30重量部必要である。

1重量部未満では、発泡の効果がほとんど無く、30部より多いと、発泡時に無駄に大気中に逃散する発泡剤分解物の量が増えるだけで、効率が悪い。

【0011】本発明に用いる有機過酸化物は、分解温度が半減期10分間で110~220℃のもの、すなわち10分間半減温度が110~220℃のものが好ましく、このようなものとしては、例えば次のものを挙げる事ができる。ただし、括弧内は分解温度(℃)である。コハク酸ペルオキシド(110)、ベンゾイルペルオキシド(110)、t-ブチルペルオキシ-2-エチルヘキサノエート(113)、p-クロロベンゾイルペルオキシド(115)、t-ブチルペルオキシイソブチレート(115)、t-ブチルペルオキシイソプロピルカーボネート(135)、t-ブチルペルオキシラウレート(140)、2,5-ジメチル-2,5-ジ(ベンゾイルペルオキシ)ヘキサン(140)、t-ブチルペルオキシアセテート(140)、ジ-t-ブチルジペルオキシフタレート(140)、t-ブチルペルオキシマレイン酸(140)、シクロヘキサノンペルオキシド(145)、t-ブチルペルオキシベンゾエート(145)、ジクミルペルオキシド(150)、2,5-ジメチル-2,5-ジ(t-ブチルペルオキシ)ヘキサン(155)、t-ブチルクミルペルオキシド(155)、t-ブチルヒドロペルオキシド(158)、ジ-t-ブチルペルオキシド(160)、2,5-ジメチル-2,5-ジ(t-ブチルペルオキシ)ヘキシン-3(170)、ジ-イソプロピルベンゼンヒドロペルオキシド(170)、p-メンタンヒドロペルオキシド(180)、2,5-ジメチルヘキサン-2,5-ジヒドロペルオキシド(213)。

【0012】本発明において有機過酸化物の量は0.2~10重量部必要である。0.2重量部未満では組成物の加熱時に樹脂の粘度がほとんど上昇せず、樹脂層がへたってしまう。10重量部より多くても架橋効率の上昇は少ない。次に、本発明においては、有機過酸化物の10分間半減温度を $T_p$ とし、発泡剤の発泡温度を $T_f$ としたとき、下記の式

$$-10^\circ\text{C} \leq T_p - T_f \leq 50^\circ\text{C}$$

を満たすように有機過酸化物と発泡剤を選択して組合せることが必要である。すなわち、このような組合せを用いることにより、組成物を加熱し、しかる後冷却すれば、連続気泡あるいは一部に独立気泡を含む連続気泡の発泡体得られる。

【0013】本発明において組成物には必要によりポリエチレン等のエチレン系樹脂、酸化安定剤、紫外線安定剤、無機充填剤、顔料、難燃剤、ゴム類などを配合することができる。本発明の組成物を加熱する際の温度は、発泡および架橋が行なわれるために必要な温度以上であり、具体的には130~300℃の間にある。本発明において有機過酸化物の分解温度は純粋な製品の半減期1

0分間における温度で示しているため、この温度以下でも架橋が進行する。目的により、加熱は常圧下でも加圧下でも行なうことができる。

【0014】本発明の連続気泡型プロピレン系樹脂発泡体を作るには、各成分を混合して、発泡剤又は化学発泡剤の分解温度以下で混練して、混練物から所定の形状物、例えば、シート、棒、球等をつくり、これらを金型を用いて、又は金型を用いしないで、発泡剤又は化学発泡剤の分解温度以上でかつ $-10^{\circ}\text{C} \leq T_p - T_f \leq 50^{\circ}\text{C}$ を満足する温度で加熱する（加圧してもよい）ことによ

って得られる。以下に本発明の実施例を示す。

【0015】

【実施例】

#### 実施例1

耐衝撃性ポリプロピレンJ-409（東燃化学製）20kg、アゾジカーボンアミド系発泡剤「セルマイクC-2」（発泡温度 $204^{\circ}\text{C}$ ：三協化成製）2kg、有機過酸化物「パーカドックス14」（分解温度 $158^{\circ}\text{C}$ ：化薬ヌーリー製）40g、酸化防止剤「イルガノックス1010」（チバガイギー製）10g、ポリプロピレン変性ポリシロキサン「シルグラフト610」（ポリプロピレン含量50%：日本ユニカー製）1kgを森山製作所製DS20-40MWA-H型ニーダーで $160^{\circ}\text{C}$ で10分間混練した。ブレードの回転数は45rpmであった。この混練物をベレット化した。このベレットを $150^{\circ}\text{C}$ で圧縮成形法により厚さ1mmのシートとした。圧力、時間はそれぞれ $100\text{kg}/\text{cm}^2$ 、5分間であった。このシートをポリエステルシートの上に置き、 $200^{\circ}\text{C}$ のオープンに入れたところ、9分間で均一に発泡した。この発泡体を取りだし、室温にまで放冷したところ、厚さ10mm、平均気泡径0.4mmの発泡体を得られた。発泡体の密度は $0.07\text{g}/\text{cm}^3$ であった。この発泡体を $90^{\circ}\text{C}$ の温水に10分間浸漬した後、厚さを測定したところ10mmであった。また、発泡体を $23^{\circ}\text{C}$ の水中で圧縮と緩和を繰り返し、強制的に吸水させたところ、 $1\text{cm}^3$ 当り8.6gの吸水があった。

#### 【0016】比較例1

実施例1と同様にして「シルグラフト610」の代わりに $23^{\circ}\text{C}$ における粘度が300000CPのジチルポリシロキサン（日本ユニカー製）を使用してシートを得た。このシートをポリエステルシートの上に置き、 $200^{\circ}\text{C}$ のオープンに入れたところ、9分間で発泡した。この発泡体を取りだし、室温にまで放冷したところ、厚さ10mmの発泡体となったが、平均長径5mm、平均短径1mmの気泡径の荒れた気泡の発泡体であった。

#### 【0017】比較例2

実施例1と同様にして架橋剤を使用せずにシートを得た。このシートをポリエステルシートの上に置き、 $200^{\circ}\text{C}$ のオープンに入れたところ、9分間で発泡した。この発泡体を取りだし、室温にまで放冷したところ、厚さ

10mmの発泡体となったが、平均長径5mm、平均短径1mmの気泡径の荒れた気泡の発泡体であった。

#### 【0018】実施例2

耐衝撃性ポリプロピレンJ-409（東燃化学製）18kg、低密度ポリエチレンNUCG-5381（日本ユニカー製）700g、アゾジカーボンアミド系発泡剤「セルマイクC-2」（発泡温度 $204^{\circ}\text{C}$ ：三協化成製）2kg、有機過酸化物「パーカドックス14」（分解温度 $158^{\circ}\text{C}$ ：化薬ヌーリー製）40g、酸化防止剤「イルガノックス1010」（チバガイギー製）10g、ポリプロピレン変性ポリシロキサン「シルグラフト610」（ポリプロピレン含量50%：日本ユニカー製）1kgを森山製作所製DS20-40MWA-H型ニーダーで $160^{\circ}\text{C}$ で10分間混練した。ブレードの回転数は45rpmであった。この混練物をベレット化した。このベレットを $150^{\circ}\text{C}$ で圧縮成形法により1mm厚さのシートとした。圧力、時間はそれぞれ $100\text{kg}/\text{cm}^2$ 、5分間であった。このシートをポリエステルシートの上に置き、 $200^{\circ}\text{C}$ のオープンに入れたところ、9分間で均一に発泡した。この発泡体を取りだし、室温にまで放冷したところ、厚さ10mm、平均気泡径0.38mmの発泡体を得られた。この発泡体を $90^{\circ}\text{C}$ の温水に10分間浸漬した後、厚さを測定したところ10mmであった。また、発泡体を $23^{\circ}\text{C}$ の水中で圧縮と緩和を繰り返し、強制的に吸水させたところ、 $1\text{cm}^3$ 当り8.9gの吸水があった。

#### 【0019】実施例3

ポリプロピレンBJ-315（東燃化学製）18kg、低密度ポリエチレンNUCG-5381（日本ユニカー製）700g、アゾジカーボンアミド系発泡剤「セルマイクC-2」（発泡温度 $204^{\circ}\text{C}$ ：三協化成製）2kg、有機過酸化物「パーカドックス14」（分解温度 $158^{\circ}\text{C}$ ：化薬ヌーリー製）40g、酸化防止剤「イルガノックス1010」（チバガイギー製）10g、ポリプロピレン変性ポリシロキサン「シルグラフト610」（ポリプロピレン含量50%：日本ユニカー製）1kgを森山製作所製DS20-40MWA-H型ニーダーで $170^{\circ}\text{C}$ で10分間混練した。この混練物をベレット化した。このベレットを $160^{\circ}\text{C}$ で圧縮成形法により1mm厚さのシートとした。圧力、時間はそれぞれ $100\text{kg}/\text{cm}^2$ 、5分間であった。このシートをポリエステルシートの上に置き、 $200^{\circ}\text{C}$ のオープンに入れたところ、9分間で均一に発泡した。この発泡体を取りだし、室温にまで放冷したところ、厚さ10mm、平均気泡径0.4mmの発泡体を得られた。発泡体の密度は $0.08\text{g}/\text{cm}^3$ であった。この発泡体を $90^{\circ}\text{C}$ の温水に10分間浸漬した後、厚さを測定したところ20mmであった。また、発泡体を $23^{\circ}\text{C}$ の水中で圧縮と緩和を繰り返し、強制的に吸水させたところ、 $1\text{cm}^3$ 当り8.0gの吸水があった。

(5)

特開平4-342742

7

8

【0020】

【発明の効果】本発明によって得られる連続気泡型発泡体は耐熱性、機械的特性、耐化学薬品性等にすぐれており、均一な気泡径を有しているため、建材用資材、農業

用資材、フィルター、自動車内壁面クッション、培養床材等に適用できる。特に気泡は連続気泡体であるので、フィルター用として好適である。